#### PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

11-130631

(43) Date of publication of application: 18.05.1999

(51)Int.CI.

A61K 7/02 C08K 5/05 C08K 9/04 C08L 33/04 // A61K 7/031 A61K 7/035

(21)Application number: 09-312704 (71)Applicant: KOSE CORP

(22)Date of filing: 29.10.1997 (72)Inventor: YAKUTA YUMIKO

ONAKI MINORU

# (54) AQUEOUS COSMETIC

# (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a cosmetic having good feeling to uses, excellent in water resistance and resistance to perspiration, free from irritation to skin and having good stability with the passage of time by including a powder treated with a compound having a specific perfluoropolyether group, a lower alcohol, an acrylic acid-based emulsion polymer, an alkali and an aqueous component.

SOLUTION: This aqueous cosmetic comprises (A) 0.5-60 wt.% powder treated with a compound having perfluoropolyether group and ≥300 molecular weight, selected from perfluoropolyether alkylphosphoric acid, perfluoropolyether alkylsulfuric acid and perfluoropolyether alkylcarboxylic acid, (B) 1-20 wt.% lower alcohol such as ethyl alcohol, (C) 0.1-5 wt.% acrylic acid-based emulsion polymer (preferably an anionic alkali thickening type emulsion polymer), (D) 0.01-2.5 wt.% alkali such as an inorganic alkali or a basic amino acid and 30-90 wt.% aqueous component such as water or glycol.

#### LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

#### JP,11-130631,A

\* NOTICES \*

Japan Patent Office is not responsible for any

damages caused by the use of this translation.

- 1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

# [Claim(s)]

[Claim 1] The following component (a), (b), (c), (d), and (e);

(a) fine particles processed with a compound which has a perfluoro polyether radical which is chosen from a perfluoro polyether alkyl phosphoric acid and its salt, perfluoro polyether alkyl sulfuric acid and its salt, a perfluoro polyether alkyl carboxylic acid, and its salt, and whose molecular weight is 300 or more — a charge of basin system makeup characterized by containing a (b) lower alcohol (c) acrylic-acid system emulsion (polymer d) alkali-chemicals (e) aquosity component.

[Claim 2] (c) A charge of basin system makeup according to claim 1 characterized by loadings of an acrylic-acid system polymer emulsion of a component being 0.1 - 5 % of the weight in solid content conversion.

[Claim 3] (c) A charge of basin system makeup according to claim 1 or 2 to which acrylic-acid system emulsion polymer of a component is characterized by being an anionic alkali thickening mold.

[Claim 4] (a) A charge of basin system makeup according to claim 1, 2, or 3 characterized by loadings of processing fine particles of a component being 0.5 - 60 % of the weight.

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Industrial Application] In the charge of basin system makeup containing fine particles, the feeling of use of this invention is good, and excellent in a water resisting property and perspiration resistance, there is no skin stimulus and it relates to the good charge of makeup of stability with the passage of time.

[0002]

[Description of the Prior Art] as the charge of makeup which contains fine particles and water conventionally "old" water "face powder etc. has been used. Since this type of charge of makeup contained a lot of water, it is cool and had the clean feeling of use, but since it consisted of water, fine particles, a moisturizer, etc. and oil was not usually

blended, when making up, the chip and the result were chalky to smoothness, and it had the defect that makeup \*\*\*\* in the passage of time, a water resisting property, and perspiration resistance were remarkable, and it was bad. Moreover, it was what there is the need of using shaking in case it has separated into the bilayer of water and fine particles and is used at the time of standing, and is hard to carry out uniform makeup. Moreover, although extenders, such as talc, a kaolin, and a mica, were generally used as fine particles, in order that \*\*\*\*\*\* by sebum might occur, a lot of combination was difficult. Although the method of making a basin system distribute these fine particles compulsorily by mechanical power as a means which carries out homogeneity distribution, or blending a surfactant so much and distributing had been performed, the charge of makeup obtained in this way had a problem of aggravation of makeup \*\*\*\* in stimulative and the passage of time to the skin.

# [0003]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] Although it found out that use is simple, and the feel at the time of use is good, excelled in makeup durability, passed further, and the charge of makeup with the good Tokiyasu quality was obtained as a method of improving the above-mentioned defect, by containing hydrofuge and oil-repellent processing fine particles, lower alcohol, acrylic-acid system emulsion polymer, alkali chemicals, and an aquosity component, also when it was not necessarily satisfactory, it was in jarring or a feeling of emollient.

# [0004]

[Means for Solving the Problem] Then, compound processing fine particles which have a specific perfluoro polyether radical as a result of inquiring wholeheartedly that this invention persons should solve the above-mentioned technical problem, By containing lower alcohol, acrylic-acid system emulsion polymer, alkali chemicals, and an aquosity component, use is simple and a feel at the time of use is good. When the dispersibility of fine particles improves, even if in addition to excelling in makeup durability and stability with the passage of time it is little, it can expect the makeup effect and it blends fine particles so much on the contrary By there being no jarring and excelling in a feeling of emollient, smoothness of mileage is not influenced, but a feeling of emollient also finds out that a good charge of makeup is obtained, and it came to complete this invention.

[0005] This invention Namely, a following component (a), (b), (c), (d), and (e):(a) perfluoro polyether alkyl phosphoric acid and its following salt, Are chosen from perfluoro polyether alkyl sulfuric acid and its salt, a perfluoro polyether alkyl carboxylic acid, and its salt. A charge of basin system makeup containing fine particles and (b)

lower alcohol which were processed with a compound which has a perfluoro polyether radical whose molecular weight is 300 or more, (c) acrylic-acid system emulsion polymer, (d) alkali chemicals, and (e) aquosity component is offered.

[0006]

[Embodiment of the Invention] The (a) component used for this invention is what processed base material fine particles with the compound which has a specific perfluoro polyether radical, and what is indicated by JP,8·133928,A etc. is illustrated. It is chosen from a perfluoro polyether alkyl phosphoric acid and its salt, perfluoro polyether alkyl sulfuric acid and its salt, a perfluoro polyether alkyl carboxylic acid, and its salt with the compound which has the perfluoro polyether radical which constitutes processing fine particles. These compounds have the polar group chosen from the phosphoric acid radical, sulfuric acid radical, and carboxyl group for containing a perfluoro polyether radical and having the fine-particles surface and compatibility. Moreover, the ether oxygen combined with perfluoro alkylene or perfluoroalkyl presupposes a perfluoro polyether radical that the radical which it has at least two or more is said. Therefore, the compound containing the perfluoro oxy alkyl group to which only one has ether oxygen like a publication in JP,5-39209,A and JP,5-58841,A is not contained in the perfluoro polyether alkyl phosphoric acid concerning this invention, and its salt. The molecular weight of a perfluoro polyether radical is 300 or more, it is 500 or more preferably, and a desirable maximum is about 7000 in general. Hydrofuge and oil-repellent grant cannot fully be performed less than by 300.

[0007] For example, a perfluoro oxy-methylene group, a perfluoro oxyethylene radical, a perfluoro oxy-isopropanal pyrene radical, a perfluoro oxy-n-propylene radical, etc. are mentioned to the desirable perfluoro oxy-alkylene group which constitutes a perfluoro polyether portion. At least one or more is chosen from these, and a polymerization is carried out, and a perfluoro polyether radical is constituted. It is the radical which contains a perfluoro oxy-isopropanal pyrene radical and a perfluoro oxy-methylene group preferably especially in this, and the most desirable perfluoro polyether radical is a radical expressed with the following general formula.

[0008] CaF2a+1O(CF2CF(CF3) O) nCF[ m(CF2O) nCF(X)-CaF2a+1O(CF2CF2CF2O) m(CF2O) ] (X)- (However, molecular weight is 300 or more, it is 500 or more more preferably, and m/n=1·100 are expressed, 20·40 are expressed more preferably, a expresses 1·10, and X expresses F or CF3.)

In addition, when a perfluoro polyether radical contains two or more sorts of perfluoro oxy-alkylene groups and the thing respectively of the same kind is carrying out the continuation polymerization, it may not be restricted, but a random polymerization or

block polymerization is sufficient.

[0009] Furthermore, it is desirable that it is required for the polar group which has compatibility with fine particles not to secede from said compound easily, therefore it contains at least one or more oxy-alkylene groups in said compound from a viewpoint of the fixing force of the compound and base material fine particles which have a perfluoro polyether radical concerning this invention. It is 1-2 more preferably. It is because it will become what was inferior in the hydrofuge and the oil repellency of said compound if three or more oxy-alkylene groups exist. In addition to an oxy-alkylene group, in respect of the fixing force, an alkylene group may be included further similarly. The desirable carbon number of an alkylene group is two or less.

[0010] Although a perfluoro polyether alkyl phosphoric acid and its salt, perfluoro polyether alkyl sulfuric acid and its salt, a perfluoro polyether alkyl carboxylic acid, and its salt are mentioned, especially, it is a perfluoro polyether alkyl phosphoric acid or its salt preferably, and the compounds which have the above mentioned perfluoro polyether radical are the compound more preferably expressed with the following general formula, and its diethanolamine salt, and are the following general formula and the diethanolamine salt of monoester especially preferably.

[0011] [CaF2a+1O(C3F6O) m(CF2O) nCF(X) (CH2) d ·· (OCH2CH2) r]qOP(=O) (OH)3·q (However, the molecular weight of a perfluoro polyether radical is 300 or more.) it is 500 or more more preferably, and m/n=1·100 are expressed, 20·40 are expressed more preferably, a expresses 1·10, d expresses 0·2, q expresses 1 or 2, r expresses 1·2, and X expresses F or CF3.

[0012] As fine particles which process with the compound which has the specific perfluoro polyether radical of the (a) component of this invention If it is the fine particles conventionally used as fine particles for makeup, it will not be limited by especially particulate structures, such as particle diameter, such as the shape of a globular shape, tabular, the configuration of needlelike \*\*, and haze, a particle, and pigment class, porosity, and quality of nonporous, etc., but inorganic fine particles, photoluminescent fine particles, organic fine particles, coloring matter fine particles, and composite powder objects will be mentioned. Specifically Titanium oxide, KONJOU, ultramarine blue, red ocher, a yellow iron oxide, A black iron oxide, titanium oxide, a zinc oxide, an aluminum oxide, cerium oxide, A silicon dioxide, a magnesium oxide, zirconium oxide, antimony oxide, A magnesium carbonate, a calcium carbonate, chrome oxide, chromium hydroxide, carbon black, An aluminum silicate, the meta magnesium aluminum silicate, a magnesium silicate, The magnesium aluminum silicate, a barium synthetic mica, a synthetic sericite, A sericite, talc, a kaolin, silicon carbide, a barium

sulfate, a bentonite, Inorganic fine particles, such as a smectite and boron nitride, bismuth oxychloride, mica titanium, An iron oxide coating mica, iron oxide mica titanium, organic pigment processing mica titanium, Photoluminescent fine particles, such powder, polymethylmethacrylate, aluminum powder, nylon Acrylonitrile-methacrylic-acid copolymer powder, vinylidene-chloride-methacrylic-acid copolymer powder, Ethyl carbamate powder, polystyrene, polyethylene powder, Polystyrene powder, organopolysiloxane elastomer powder, Polymethyl silsesquioxan powder, polytetrafluoroethylene powder, Wool yarn powder, silk powder, crystalline cellulose, magnesium stearate, Organic fine particles, such as zinc stearate and N-acyl lysine, an organic tar system pigment, Coloring matter fine particles, such as a lake pigment of organic coloring matter, particle titanium oxide covering mica titanium, Composite powder objects, such as particle zinc oxide covering mica titanium, barium sulfate covering mica titanium, a titanium oxide content silicon dioxide, and a zinc oxide content silicon dioxide, etc. are mentioned, and these fine particles may use what compound ized its kind or two sorts or more.

[0013] Especially the method of carrying out surface treatment of the fine particles with the compound which has a specific perfluoro polyether radical is not restricted, but can apply the usual fine particles surface coating art. For example, the compound which has a perfluoro polyether radical can be dissolved or distributed to a solvent (organic data medium or polar solvent), it can mix with fine particles, and processing fine particles can be easily obtained by removing a solvent and drying after that. In addition, after the above mentioned processing, in order to make the compound which has a perfluoro polyether radical in fine particles adsorb more strongly, it is burned at an elevated temperature. Moreover, if shown in surface treatment, two or more sorts can be mixed to coincidence, and fine particles can also be processed to it.

[0014] Furthermore, you may process being simultaneous or in piles in the range which does not spoil the effect of this invention by well-known coating agents, such as other fluorine system compounds, silicone system oils, metallic soap, lecithin, hydrogenation lecithin, a collagen, a hydrocarbon, a higher fatty acid, higher alcohol, ester, a wax, a low, and a surfactant.

[0015] although the throughput with the compound which has a perfluoro polyether radical changes with the classes — fine particles — 1 - 20% is especially desirable 0.1 to 50% of the weight ("%" only shows hereafter.). If too few, sufficient effect will not be acquired, but when many [ too ], there is a possibility that the property of pigment original may be lost.

(a) 0.5 - 60% of the loadings of the processing fine particles of a component are desirable,

if it uses in this range, it will excel in usability and a feeling of use, and the adhesion to the smoothness and the skin of mileage and the durability of a makeup film will become good.

[0016] As lower alcohol of the (b) component used for this invention, although methyl alcohol, ethyl alcohol, isopropyl alcohol, etc. are mentioned, especially ethyl alcohol is desirable. 1 · 20% of the loadings of the lower alcohol in this invention are desirable. the case where lower alcohol is not used ·· coolness ·· admiration is not obtained in the least. [0017] As acrylic-acid system emulsion polymer of the (c) component used for this invention, preferably, anionic alkali thickening mold emulsion polymer can be used, and the homopolymer emulsion of what constructed the bridge in a part of usual acrylic acid and methacrylic acid (\*\*) polymer, polymer (\*\*) of acrylic-acid alkyl ester, and acrylic polymer, for example, an acrylic acid, and methacrylic acid, a copolymer emulsion or an acrylic acid, methacrylic acid polymer, its salt, etc. are mentioned. It is the amount usually used for the charge of makeup, and although these loadings are not limited especially but are decided for the purpose of relation with other components, a feel, and viscous adjustment etc., there is by solid content conversion preferably, and they are 0.3 · 2% still more preferably. [ of them ] [ 0.1 · 5 ]

[0018] Anything [ the ] can be used, if it is not restricted and is usually used for the charge of makeup especially as alkali chemicals of the (d) component used for this invention. For example, amines, such as basic amino acid, such as inorganic alkali chemicals, such as a sodium hydroxide and a potassium hydroxide, and L-arginine, and triethanolamine, ammonia, 2-amino-2-methyl-1,3-propanediol, etc. are mentioned. Although what is necessary is for the addition of alkali chemicals to change with the classes, not to be limited especially, and for the class of acrylic-acid system thickener and an amount just to determine, it is 0.01 · 2.5% preferably. These alkali chemicals are dissolving in water beforehand, or are mixed with direct polymer and can be added.

[0019] If it is a component meltable in water and water as an aquosity component of the (e) component used for this invention, any will be sufficient and vegetable extracts other than water, such as glycerol, such as glycols, such as propylene glycol, 1, 3-butylene glycol, a JIPURI pyrene glycol, and a polyethylene glycol, a glycerol, diglycerol, and polyglycerin, an aloe vera, a witch hazel, hamamelis, a cucumber, lemon, lavender, and Lowe's, will be mentioned. As loadings, 30 - 90% is desirable.

[0020] The charge of basin system makeup of this invention can blend suitably oily components, such as the component used for the usual charge of makeup besides the above mentioned indispensable component, for example, a hydrocarbon, higher-fatty-acid ester, animal-and-vegetable oils fat, silicon oil, and a fluorine system

oil, a surfactant, an ultraviolet ray absorbent, a water soluble polymer, a moisturizer, an antioxidant and a cosmetics component, antiseptics, perfume, etc. in the range which does not spoil the effect of this invention. However, as for a surfactant usual from the point of a manifestation of the durability of a makeup film, and the effect of this invention, not blending is desirable. moreover, unsettled in said fine particles, if it is the range which does not spoil the effect of this invention " it is " what performed surface treatment using one sort, such as the processing agent except the compound which has said specific perfluoro polyether radical, for example, fluorine system oils, silicone system oils, metallic soap, a low, fats and oils, and a hydrocarbon, or two sorts or more can be blended suitably.

[0021] As an ultraviolet ray absorbent, for example as a benzophenone system A 2-hydroxy-4-methoxybenzophenone and 2-hydroxy-4-methoxybenzophenone-5-sulfonic acid, 2-hydroxy-4-methoxybenzophenone-5-sulfonic-acid sodium, 2, 2'-dihydroxy 4, a -4, 4'-dimethoxy benzophenone, 2, 2'-dihydroxy 4'-dimethoxy benzophenone 5-sulfonic acid sodium, A tetra hydroxy benzophenone etc. is mentioned. 2, 4-dihydroxy benzophenone, 2, 2', 4, and 4' - as a PABA system P aminobenzoic acid, p-aminobenzoic-acid ethyl, p-aminobenzoic-acid glyceryl, PARAJI methylamino amyl benzoate, PARAJI methylamino benzoic acid 2 ethylhexyl, PARAJI hydroxypropyl ethyl benzoate, etc. are mentioned. As a cinnamic acid system p methoxycinnamic acid-2-ethylhexyl, 4-methoxycinnamic acid-2-ethoxyethyl, etc. are mentioned. As a salicylic-acid system Salicylic-acid-2-ethylhexyl, a phenyl salicylate, salicylic-acid gay menthyl, etc. are mentioned. In addition, 2-(2-hydroxy-5-methylphenyl) benzotriazol, 4-tert-butyl-4'-methoxy-dibenzoylmethane, oxybenzone, etc. are mentioned.

[0022] As a water soluble polymer, the thing of synthetic systems, such as the thing of semisynthesis systems, such as a thing of natural systems, such as guar gum, sodium chondroitin sulfate, hyaluronic acid, gum arabic, sodium alginate, and a carrageenan, methyl cellulose, hydroxyethyl cellulose, and a carboxymethyl cellulose, a carboxyvinyl polymer, an alkyl addition carboxyvinyl polymer, polyvinyl alcohol, a polyvinyl pyrrolidone, and sodium polyacrylate, is mentioned. As a moisturizer, protein, a mucopolysaccharide, a collagen, an elastin, a keratin, etc. are mentioned, for example. As an anti-oxidant, the alpha-tocopherol, an ascorbic acid, etc. are mentioned, for example. As a cosmetics component, vitamins, an antiphlogistic, a crude drug, etc. are mentioned, for example. As antiseptics, parahydroxybenzoic acid alkyl, phenoxyethanol, etc. mention, for example, and it is \*\*\*\*\*.

[0023] That with which the charge of basin system makeup of this invention mixed a component (a), (b), (c), (d), (e), and an arbitration component to homogeneity, Namely,

although obtained by making the compound processing fine particles which have a specific perfluoro polyether radical in the basin system thickened in acrylic acid system emulsion polymer distribute If it mixes with all or some of lower alcohol beforehand before distributing the processing fine particles of a component (a) to a basin system, while the dispersibility of these fine particles improves extremely and being able to attain the increase in efficiency on manufacture, stability with the passage of time improves. The charge of basin system makeup of this invention is applicable not only to charges of makeup makeup, such as foundation, rouge, and eye shadow, and the charge of substrate makeup but the charge of basic makeup etc.

[0024]

[Example] An example is given to below and it explains to it further. In addition, these do not limit this invention at all.

[0025] The example 1 of manufacture: Mica 100g was put in having put in 500ml of water and agitating to a processing mica beaker, and it agitated enough at the room temperature. 25g of 20% aqueous solutions of the perfluoro polyether alkyl phosphoric acid diethanolamine salt shown below was gradually added to these mica dispersion liquid, agitating, and after [ addition ] 1 hour, and half churning was performed to them. After the acid neutralized, suction \*\*\*\* was performed, it dried and the perfluoro polyether compound processing mica was obtained.

[0026] CF3O(CF2CF(CF3) O) m(CF2O) nCF2CH2 ·· (OCH2CH2) 1.9OP(=O) [ONH2(CH2CH2OH)2] 2 (the average molecular weight of m/n=24.1 and a perfluoro polyether alkyl phosphoric acid diethanolamine salt is 1195 among a formula, and the average molecular weight of a perfluoro polyether radical is 791.)

[0027] Set for the example 2 of manufacture · the example 1 of 7 manufactures. It processes by the same method except changing a mica to talc, titanium oxide, red ocher, a yellow iron oxide, mica titanium, and organopolysiloxane elastomer powder (TOREFIRU E506, Dow Corning Toray Silicone make) respectively. Perfluoro polyether compound processing talc (the example 2 of manufacture: processing talc), Perfluoro polyether compound processing titanium oxide (the example 3 of manufacture: processing titanium oxide), Perfluoro polyether compound processing red ocher (the example 4 of manufacture: processing red ocher), A perfluoro polyether compound processing yellow iron oxide (the example 5 of manufacture: processing yellow iron oxide), Perfluoro polyether compound processing mica titanium (the example 6 of manufacture: processing mica titanium) and perfluoro polyether compound processing organopolysiloxane elastomer powder (the example 7 of manufacture: processing organopolysiloxane elastomer powder) were obtained.

[0028] The example 8 of manufacture: Heat to 60 degrees C, putting sericite 150g into a processing sericite beaker, and mixing. What carried out dissolution warming of the 13g of the perfluoro polyether alkyl phosphoric acids shown in this below at isopropyl alcohol 1500g is added, and it mixes at 60 degrees C for 4 hours. Then, vacuum distillation of the isopropyl alcohol was carried out, it dried and the perfluoro polyether compound processing sericite was obtained.

[0029] CF3O(CF2CF(CF3) O) m(CF2O) nCF2CH2 ·· (OCH2CH2) rOP2 (it is m/n=20-40 among a formula, and r expresses 1·2, average molecular weight is 998, and the average molecular weight of a perfluoro polyether radical is 791.) (=0) (OH)

[0030] The example 9 of manufacture: Except changing a sericite to iron-oxide processing mica titanium in the example 8 of processing iron-oxide processing mica titanium manufacture, it processed by the same method and perfluoro polyether compound processing iron-oxide processing mica titanium was obtained.

[0031] The example 1 of a manufacture comparison: Mica 100g was put in having put in 500ml of water and agitating to a processing mica beaker, and it agitated enough at the room temperature. 25g of 20% aqueous solutions of the perfluoroalkyl phosphoric acid diethanolamine salt shown in the following color was gradually added to these mica dispersion liquid, agitating, and after [ addition ] 1 hour, and half churning was performed to them. After the acid neutralized, suction \*\*\*\* was performed, it dried and the perfluoroalkyl compound processing mica was obtained.

[0032] (CmF2m+1CH2CH2O) nP(=O) [ONH2(CH2CH2OH)2]3-n (m and n express m=6-18 and 2>=n>=1 among a formula, respectively, average molecular weight is 954, and the average molecular weight of a perfluoroalkyl radical is 619.)

[0033] It processed with the same method and perfluoroalkyl compound processing talc (the example 2 of a manufacture comparison: processing talc), perfluoroalkyl compound processing titanium oxide (the example 3 of a manufacture comparison: processing titanium oxide), perfluoroalkyl compound processing red ocher (the example 4 of a manufacture comparison: processing red ocher), and a perfluoroalkyl compound processing yellow iron oxide (the example 5 of a manufacture comparison: processing yellow iron oxide) obtained except changing a mica to talc, titanium oxide, red ocher, and a yellow iron oxide in the example 2 of a

[0034] The foundation of a formula shown in one to examples 1-7 and example of comparison 3 table 1 was prepared, and the following method estimated usability (simplicity of use), the feeling of use at the time of use (there are not freshness, adhesion, smoothness of mileage, and jarring) and the feeling of use after use (a lack [powderiness], a lack [stickiness], in the least admiration, a feeling of emollient), and

the durability of the charge of makeup. The result is also collectively shown in a table 1. [0035]

[A table 1]

	(%)										(%)	
			実施例						<u> </u>	比較例		
No.	成分	1	2 .	3	4	5	6	7	1	2	3.	
1	製造例1の処理マイカ	15	5	5	5	3	15	20		<u> </u>	15	
2	製造例2の処理タルク	10	5	5	5	3	8	15	_	_	10	
3	製造例3の処理酸化チタン	10	5	5	5	1	3	10	_	_	10	
4	製造例4の処理ペンガラ	0.3	0.1	0.1	0.1	0.03	0.1	0.5	_	_	0.5	
5	製造例5の処理黄酸化鉄	0.5	0.3	0.3	03	0.05	0.15	0.5		_	0.5	
6	製造比較例1の処理マイカ	_	-	-	_	_	_	-	15		_	
7	製造比較例2の処理タルク	_	. <b>—</b>	_	_		-		10	_	_	
8	製造比較例3の処理酸化チタン	-	-	-	-	_	_	-	10	-	-	
9	製造比較例4の処理ペンガラ		_	<u> </u>	<u> </u>	_	-	_	0.5	_	_	
10	製造比較例5の処理黄酸化鉄	_	-	_	-	-	-	_	0.5	-	_	
11	撥水処理マイカ *1	_	_		=	_	-	_		15	_	
12	撥水処理タルク *1	_	_		_	_	-	_	<b>-</b> .	10		
13	樹水処理酸化チタン *1	-	_	-	<u> </u>	_	-	-	-	- 10	-	
14	<b>撥水処理ペンガラ * 1</b>	-	-	-	_	_	_	-	-	0.5	-	
15	撥水処理黄酸化鉄 *1	-	_	-	-	-	-	_	_	0.5	_	
16	エチルアルコール	4	1	10	16	4	4	4	4	4	4	
17	アクリル酸系エマルションポ リマー *2	1:5	1	3	6	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5.	_	
18	アクリル酸系エマルションポ・リマー *3	0.5	0.2	ĺ	2	0.5	0. 5	0.5	0.5	0.5	-	
19	カルボキシメチルセルロース		[ -	-	_	_	_	<u> </u>	-	_	0.2	
20	トリエタノールアミン	0.3	0. 2	0.5	1	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	
21	1,3-プチレングリコール	12	12	12	12	12	12	12	12	12	12	
22	香料	適量	適量	適量	適量	適量	適量	適量	適量	適量	適量	
23	防腐剤	量	適量	適量	適量	適量	適量	適量	適量	適量	適量	
24	美容成分	適量	適量	適量	適量	適量	適量	適量	適量	適量	適量	
25	精製水	残量	残量	残量	残量	残量	残量	残量	残量	残量	残量	
	評価											
	使用の簡便さ	0	0	0	0	0	0	0	0	0	×	
	みずみずしさ	0	0	0	0	0	0	0	<b>O</b> -	0	0	
	付着性	0	0	0	0	0	0	0	0	0	×	
	のびのなめらかさ	0	0	0	0	0	0	0	Δ	Δ	Δ	
	きしみのなさ	0	0	0	0	0	0	0	Δ	Δ	0	
	粉っぽさのなさ	0	0	0	0	0	0	0	0	0	Δ	
	べたつきのなさ	0	0	0	0	0	0	0	0	0	Δ	
	さっぱり感	O	0	0	Ö	0	Ö	Ö	O	0	0	
	化粧膜の持続性	0	0	O	0	0	0	0	0	Ō	Δ	
	エモリエント感	0	0	0	0	Ö	Ö	Ö	Δ	Δ	0	

[0036] \*1: KF-99-P(product made from Shin-etsu Chemistry)2% processing \*2 : ply mull ASE-60 (made in loam & Haas) (28% of solid content)

\*3: YODOZORU 32A707 (the Kanebo NSC company make) (46% of solid content) (Process)

A. Preferential grinding of 1.15 is carried out.

- B. Carry out mixed stirring enough to A, and homogeneity takes after adding 16 at it.
- C. Carrying out mixed dissolution and stirring 17-25, B is added and it distributes to homogeneity.
- D. Fill up a container with C and consider as a product.

[0037] (The evaluation method) Ten persons' organoleptic-test panel performed seven steps (0-6 points) of the following evaluations on an absolute scale, and the average mark was divided into four more steps, and was evaluated.

(1) evaluation on an absolute scale 6 point: very good five point: good four point: a little good three point: " usually " two point: " a little bad one point: " bad zero point: " below very bad below beyond below beyond beyond (2) 4 step evaluation O:5 point O:3 point 5 point \*\*:1 point 3 point x:1 point [0038] It is the field of a feeling of use, and usability, and, as for the charge of basin system makeup of the examples 1.7 which are this invention articles, it turns out that it has the far excellent property so that clearly from the result of a table 1. Especially this invention article does not need to shake at the time of use, since it is not a bilayer type, its use is simple, it does not have jarring, its mileage is also smooth, and its adhesion is also good. moreover, the makeup film which the result after use does not have powderiness, either and does not have stickiness and which it finished and came out, admiration and a feeling of emollient were given in the least, and the makeup film in the passage of time moreover could not collapse easily, and became brave is given. On the other hand, the examples 1 and 2 of a comparison from which the processing agent of fine particles differs were not what is satisfied in feeling of use, such as smoothness of a lack [jarring] and mileage, and a feeling of emollient. Moreover, in the example 3 of a comparison which blended the water soluble polymer instead of acrylic acid system emulsion polymer, condensation of the fine particles in the passage of time was produced, stability is bad and change of usability was looked at by the passage of time.

[0039] Example 8 (face powder)

(Component) (%)

1. Processing Mica of Example 1 of Manufacture 15.02. Processing Talc of Example 2 of Manufacture 12.03. Processing organopolysiloxane elastomer powder of the example 7 of manufacture 1.04. The processing sericite of the example 8 of manufacture 5.05. Titanium oxide 3.06. Blue No. 404 0.27. Yellow iron oxide 0.28. Ethyl alcohol 8.09. Acrylic-acid system emulsion polymer \*3 2.010.L-arginine 0. 211.1, 3-butylene glycol 12.012. ultraviolet ray absorbent Optimum dose 13. cosmetics component Optimum dose 14. perfume Optimum dose 15. antiseptics Optimum dose 16. purified water Residue (process)

- A. Mixed stirring is enough carried out to B.A which carries out preferential grinding of 1-7, and homogeneity takes after adding 8 at it.
- C. Carrying out mixed dissolution and stirring 9-16, B is added and it distributes to homogeneity.
- D. Fill up a container with C and consider as a product.

[0040] Example 9 (HOHO red)

(Formula) (%)

1. Processing Mica of Example 1 of Manufacture 6.02. Processing Talc of Example 2 of Manufacture 6.03. Processing titanium oxide of the example 3 of manufacture 2.04. Processing red ocher of the example 4 of manufacture 0.55. The processing yellow iron oxide of the example 5 of manufacture 0.56. Processing mica titanium of the example 6 of manufacture 3.57. Nylon powder 3.08. Ethyl alcohol 5.09. Acrylic-acid system emulsion polymer \*4 2.010. sodium hydroxide 0. 211.1, 3-butylene glycol 15.012. perfume Optimum dose 13. antiseptics Optimum dose 14. purified water Residue \*4: ROHAGITTO SD-15 (made in loam & Haas) (30% of solid content)

(Process)

- A. Preferential grinding of 1.7 is carried out.
- B. Carrying out mixed dissolution and stirring C.9-14 which carry out mixed stirring enough after adding 8 to A, and are made into homogeneity at it, add B and distribute to homogeneity.
- D. Fill up a container with C and consider as a product.

[0041] Example 10 (charge of substrate makeup)

(Component) (%)

- 1. Processing Iron-Oxide Processing Mica Titanium of Example 9 of Manufacture 1.02. Processing Organopolysiloxane Elastomer Powder of Example 7 of Manufacture 0.53. Ethyl alcohol 8.04. Acrylic-acid system emulsion polymer \*3 4.05. triethanolamine 0. 36.1, 3-butylene glycol 12.07. Ultraviolet ray absorbent Optimum dose 8. cosmetics component Optimum dose 9. perfume optimum dose 10. antiseptics Optimum dose 11. purified water Residue (process)
- A. Mixed stirring is enough carried out to B.A which carries out preferential grinding of 1.2, and homogeneity takes after adding 3 at it.
- C. Carrying out mixed dissolution and stirring 4-11, B is added and it distributes to homogeneity.
- D. Fill up a container with C and consider as a product.

[0042] About the above mentioned examples 8, 9, and 10, what has a feeling of use, usability, and the property that was excellent in the durability of a makeup film like

examples 1.7 was obtained.

[0043]

[Effect of the Invention] The charge of basin system makeup of this invention has simple use, and they are coolness and the thing which it has admiration and good feeling of use, such as admiration and a feeling of emollient, and the plasticity to the skin and compatibility are good gently, and there is no jarring, has operating properties, such as mileage and excelling in makeup durability moreover, smoothly, and is excellent also in stability with the passage of time in the least.

#### (19)日本国特許庁 (JP)

# (12) 公開特許公報(A)

# (11)特許出願公開番号

# 特開平11-130631

(43)公開日 平成11年(1999)5月18日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>		識別記号		FΙ			÷ .	
A61K 7	7/02			A 6 1 K	7/02		Z	
		•					P	
C08K 5	5/05			C 0 8 K	5/05			
	9/04				9/04			
C08L 33	3/04			C08L 3	3/04			
		`	審査韻求	未請求 請求項	頁の数4	FD	(全 8 頁)	最終頁に続く
(21)出願番号		特顧平9-312704		(71) 出願人	000145	862		
					株式会	社コー	セー	
(22)出願日		平成9年(1997)10月29日			東京都	中央区	日本橋3丁目	16番2号
				(72)発明者	役田	由美子		
					東京都	北区栄	町48番18号	株式会社コーセ
					一研究	所内		of a
		•		(72)発明者	小名木	稔	•	
		•			東京都	北区栄	町48番18号	株式会社コーセ
					一研究	所内		
		•						•
		•						

# (54) 【発明の名称】 水系化粧料

# (57)【要約】

【課題】粉体を含有する水系化粧料において、使用感がよく、耐水性、耐汗性に優れ、皮膚刺激がなく、かつ経時安定性の良好な化粧料に関する。

【解決手段】特定のパーフルオロポリエーテル基を有する化合物処理粉体、低級アルコール、アクリル酸系エマルションポリマー、アルカリ剤及び水性成分を含有することにより、使用が簡便であり、使用時の感触が良好で、化粧持続性、経時安定性に優れることに加えて、粉体の分散性が向上することにより少量で化粧効果が期待でき、反対に粉体を多量に配合しても、きしみがなくエモリエント感に優れることにより、のびのなめらかさが影響されず、エモリエント感も良好な水系化粧料を提供するものである。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 次の成分(a)、(b)、(c)、

(d) 及び(e);

(a) パーフルオロポリエーテルアルキルリン酸及びその塩、パーフルオロポリエーテルアルキル硫酸及びその塩、パーフルオロポリエーテルアルキルカルボン酸及びその塩から選択される、分子量が300以上であるパーフルオロポリエーテル基を有する化合物で処理した粉体

- (b) 低級アルコール
- (c) アクリル酸系エマルションポリマー
- (d) アルカリ剤
- (e) 水性成分

を含有することを特徴とする水系化粧料。

【請求項2】 (c)成分のアクリル酸系ポリマーエマルジョンの配合量が固形分換算で0.1~5重量%であることを特徴とする請求項1記載の水系化粧料。

【請求項3】 (c) 成分のアクリル酸系エマルションポリマーが、アニオン性アルカリ増粘型であることを特徴とする請求項1又は2記載の水系化粧料。

【請求項4】 (a) 成分の処理粉体の配合量が0.5 ~60重量%であることを特徴とする請求項1、2又は 3記載の水系化粧料。

#### 【発明の詳細な説明】

[0001]

【産業上の利用分野】本発明は粉体を含有する水系化粧料において、使用感がよく、耐水性、耐汗性に優れ、皮膚刺激がなく、かつ経時安定性の良好な化粧料に関する。

#### [0002]

【従来の技術】従来、粉体と水とを含む化粧料として古 くは水白粉などが用いられてきた。このタイプの化粧料 は多量の水を含んでいるため、清涼感があり、さっぱり とした使用感を有するが、通常、水、粉体、保湿剤等か らなり油分が配合されていないため、化粧をする際、な めらかさに欠け、仕上がりが粉っぽかったり、経時での 化粧持ちや耐水性、耐汗性が著しく悪いという欠点があ った。また、静置時には水と粉体との二層に分離してお り、使用する際に振とうして使う必要性があり、均一な 化粧をしづらいものであった。また、粉体としては一般 にタルク、カオリン、マイカ、などの体質顔料が用いら れるが、皮脂による色沈みが起きたりするために多量の 配合が困難であった。これらの粉体を水系に均一分散す る手段として、機械力により強制的に分散させるか、あ るいは界面活性剤を多量に配合し分散させる方法が行わ れてきたが、こうして得られた化粧料は皮膚に対する刺 激性や経時での化粧持ちの悪化という問題があった。

### [0003]

【発明が解決しようとする課題】上記の欠点を改良する 方法として、撥水・撥油処理粉体、低級アルコール、ア クリル酸系エマルションポリマー、アルカリ剤及び水性 50 成分を含有することにより、使用が簡便であり、使用時の感触が良好で、化粧持続性に優れ、さらに経時安定性が良好な化粧料が得られることを見いだしたが、きしみやエモリエント感において必ずしも満足のいかない場合もあった。

#### [0004]

【課題を解決するための手段】そこで、本発明者らは上記課題を解決すべく鋭意研究した結果、特定のパーフルオロポリエーテル基を有する化合物処理粉体、低級アルコール、アクリル酸系エマルションポリマー、アルカリ剤及び水性成分を含有することにより、使用が簡便であり、使用時の感触が良好で、化粧持続性、経時安定性に優れることに加えて、粉体の分散性が向上することにより少量で化粧効果が期待でき、反対に粉体を多量に配合しても、きしみがなくエモリエント感に優れることにより、のびのなめらかさが影響されず、エモリエント感も良好な化粧料が得られることを見いだし、本発明を完成するに至った。

【0005】すなわち、本発明は次の成分(a)、

(b)、(c)、(d) および(e):

(a)パーフルオロポリエーテルアルキルリン酸及びその塩、パーフルオロポリエーテルアルキル硫酸及びその塩、パーフルオロポリエーテルアルキルカルボン酸及びその塩から選択される、分子量が300以上であるパーフルオロポリエーテル基を有する化合物で処理した粉体、(b)低級アルコール、(c)アクリル酸系エマルションポリマー、(d)アルカリ剤、(e)水性成分を含有する水系化粧料を提供するものである。

#### [0006]

【発明の実施の形態】本発明に使用される(a)成分 は、特定のパーフルオロポリエーテル基を有する化合物 で基材粉体を処理したもので、特開平8-133928 号公報等に記載されているものが例示される。処理粉体 を構成するパーフルオロポリエーテル基を有する化合物 とは、パーフルオロポリエーテルアルキルリン酸及びそ の塩、パーフルオロポリエーテルアルキル硫酸及びその 塩、パーフルオロポリエーテルアルキルカルボン酸及び その塩から選択される。これらの化合物はパーフルオロ ポリエーテル基を含有し、かつ粉体表面と親和性を持つ ためのリン酸基及び硫酸基及びカルボキシル基から選択 される極性基を有するものである。また、パーフルオロ ポリエーテル基とは、パーフルオロアルキレン又はパー フルオロアルキルと結合しているエーテル酸素が少なく とも2以上有する基をいうこととする。従って、本発明 に係るパーフルオロポリエーテルアルキルリン酸及びそ の塩には、特開平5-39209号公報及び特開平5-58841号公報に記載のようなエーテル酸素を一つし か持たないパーフルオロオキシアルキル基を含有する化 合物は含まれない。パーフルオロポリエーテル基の分子 量は300以上であり、好ましくは500以上であり、

2

好ましい上限は概ね7000程度である。300未満では、撥水・撥油性の付与を十分に行うことができない。 【0007】パーフルオロポリエーテル部分を構成する好ましいパーフルオロオキシアルキレン基には、例えばパーフルオロオキシメチレン基、パーフルオロオキシエチレン基、パーフルオロオキシェーフルオロオキショープロピレン基などが挙げられる。これらから少なくとも1以上が選択され且つ重合してパーフルオロポリエーテル基を構成する。この中で、特に好ましくはパーフルオロオキシメソプロピレン基及びパーフルオロオキシメチレン基を含有する基であり、最も好ましいパーフルオロポリエーテル基は下記一般式で表わされる基である。

[0008] C<sub>a</sub> F<sub>2a+1</sub> O (CF<sub>2</sub> CF (CF<sub>3</sub>) O) [0008] CF (X) -

 $C_a F_{2a+1} O (C F_2 C F_2 C F_2 O)_m (C F_2 O)_n C F$ (X) -

(但し、分子量は300以上であり、より好ましくは500以上であり、 $m/n=1\sim100$ を表わし、より好ましくは $20\sim40$ を表わし、aは $1\sim10$ を表わし、XはF又はC F3を表わす。)

尚、パーフルオロポリエーテル基が2種以上のパーフルオロオキシアルキレン基を含有する場合において、それぞれ同種のものが連続重合している場合に限られず、ランダム重合或いはブロック重合でも構わない。

【0009】更に、本発明に係るパーフルオロポリエーテル基を有する化合物と基材粉体との固着力の観点から、前記化合物から粉体との親和性を有する極性基が容易に離脱しないことが必要であり、そのために前記化合物には、少なくとも1以上のオキシアルキレン基を含むことが好ましい。より好ましくは、1~2である。3以上のオキシアルキレン基が存在すると前記化合物の撥水・撥油性が劣ったものとなるからである。同様に固着力の点で、オキシアルキレン基に加え更に、アルキレン基を含ませてもよい。アルキレン基の好ましい炭素数は2以下である。

【0010】上記のパーフルオロポリエーテル基を有する化合物は、パーフルオロポリエーテルアルキルリン酸及びその塩、パーフルオロポリエーテルアルキル硫酸及びその塩、パーフルオロポリエーテルアルキルカルボン酸及びその塩が挙げられるが、中でも好ましくはパーフルオロポリエーテルアルキルリン酸又はその塩であって、より好ましくは下記一般式で表わされる化合物及びそのジエタノールアミン塩であり、特に好ましくは、下記一般式及びモノエステルのジエタノールアミン塩である。

[0011] [CaF2a+1 O (C3F6O) m (CF2O) n CF (X) (CH2) d-- (OCH2CH2) r] q OP (=0) (OH) 3-q

(但し、パーフルオロポリエーテル基の分子量は300 50

以上であり、より好ましくは500以上であり、m/n =  $1\sim100$ を表わし、より好ましくは $20\sim40$ を表わし、aは $1\sim10$ を表わし、dは $0\sim2$ を表わし、qは1又は2を表わし、rは $1\sim2$ を表わし、XはF又はC F3を表わす。)

【0012】本発明の(a)成分の特定のパーフルオロ ポリエーテル基を有する化合物で処理を施す粉体として は、従来化粧用粉体として用いられている粉体であれ ば、球状、板状、針状等の形状、煙霧状、微粒子、顔料 級等の粒子径、多孔質、無孔質等の粒子構造、等により 特に限定されず、無機粉体類、光輝性粉体類、有機粉体 類、色素粉体類、複合粉体類、等が挙げられる。具体的 には、酸化チタン、コンジョウ、群青、ベンガラ、黄酸 化鉄、黒酸化鉄、酸化チタン、酸化亜鉛、酸化アルミニ ウム、酸化セリウム、二酸化珪素、酸化マグネシウム、 酸化ジルコニウム、酸化アンチモン、炭酸マグネシウ ム、炭酸カルシウム、酸化クロム、水酸化クロム、カー ボンプラック、ケイ酸アルミニウム、メタケイ酸アルミ ニウムマグネシウム、ケイ酸マグネシウム、ケイ酸アル ミニウムマグネシウム、マイカ、合成マイカ、合成セリ サイト、セリサイト、タルク、カオリン、炭化珪素、硫 酸バリウム、ベントナイト、スメクタイト、窒化硼素等 の無機粉体類、オキシ塩化ビスマス、雲母チタン、酸化 鉄コーティング雲母、酸化鉄雲母チタン、有機顔料処理 雲母チタン、アルミニウムパウダー等の光輝性粉体類、 ナイロンパウダー、ポリメチルメタクリレート、アクリ ロニトリルーメタクリル酸共重合体パウダー、塩化ビニ リデンーメタクリル酸共重合体パウダー、カルバミン酸 エチルパウダー、ポリスチレン、ポリエチレンパウダ ー、ポリスチレンパウダー、オルガノポリシロキサンエ ラストマーパウダー、ポリメチルシルセスキオキサンパ ウダー、ポリテトラフルオロエチレンパウダー、ウール パウダー、シルクパウダー、結晶セルロース、ステアリ ン酸マグネシウム、ステアリン酸亜鉛、N-アシルリジ ン等の有機粉体類、有機タール系顔料、有機色素のレー キ顔料等の色素粉体類、微粒子酸化チタン被覆雲母チタ ン、微粒子酸化亜鉛被覆雲母チタン、硫酸バリウム被覆 雲母チタン、酸化チタン含有二酸化珪素、酸化亜鉛含有 二酸化珪素等の複合粉体、等が挙げられ、これら粉体は その一種または二種以上を複合化したものを用いても良

【0013】粉体を特定のパーフルオロポリエーテル基を有する化合物で表面処理する方法は、特に制限されず、通常の粉体表面被覆処理方法を適用することができる。例えば、パーフルオロポリエーテル基を有する化合物を溶剤(有機媒体あるいは極性溶媒)に溶解または分散し、粉体と混合し、その後溶剤を除去、乾燥することによって容易に処理粉体を得ることができる。尚、上記処理後、粉体にパーフルオロポリエーテル基を有する化合物をより強く吸着させるために、高温で焼き付けても

良い。また、表面処理にあっては粉体を同時に2種以上 混合して処理することもできる。

【0014】更に、本発明の効果を損なわない範囲で、そのほかのフッ素系化合物、シリコーン系油剤、金属石鹸、レシチン、水素添加レシチン、コラーゲン、炭化水素、高級脂肪酸、高級アルコール、エステル、ワックス、ロウ、界面活性剤などの公知のコーティング剤で同時に又は重ねて処理してもよい。

【0015】パーフルオロポリエーテル基を有する化合物による処理量は、その種類によって異なるが、粉体の0.1~50重量%(以下、単に「%」で示す。)、特に1~20%が好ましい。少なすぎると十分な効果が得られず、多すぎると顔料本来の特性が失われてしまう恐れがある。

(a) 成分の処理粉体の配合量は0.5~60%が好ましく、この範囲で用いれば、使用性、使用感に優れ、のびのなめらかさや肌への付着性、化粧膜の持続性が良好となる。

【0016】本発明に用いられる(b)成分の低級アル コールとしては、メチルアルコール、エチルアルコー ル、イソプロピルアルコール等が挙げられるが、エチル アルコールが特に好ましい。本発明における低級アルコ ールの配合量は1~20%が好ましい。低級アルコール を用いない場合は、清凉感、さっぱり感が得られない。 【0017】本発明に用いられる(c)成分のアクリル 酸系エマルションポリマーとしては、好ましくは、アニ オン性アルカリ増粘型エマルションポリマーを使用する ことができ、通常のアクリル酸・メタアクリル酸(共) 重合体、アクリル酸アルキルエステルの(共)重合体お よびアクリル重合体を一部架橋したもの、例えば、アク リル酸、メタアクリル酸のホモポリマーエマルション、 コポリマーエマルション、またはアクリル酸、メタアク リル酸ポリマー及びその塩等が挙げられる。これらの配 合量は、通常化粧料に使用される量であって、特に限定 されず、他の成分との関係、また、感触及び粘性調整の 目的等で決められるが、好ましくは固形分換算で0.1 ~5%あり、更に好ましくは0.3~2%である。

【0018】本発明に用いられる(d)成分のアルカリ 削としては、特に制限されるものではなく、通常化粧料 に使用されるものであれば、そのいずれのものも使用することができる。例えば、水酸化ナトリウム、水酸化カ リウム等の無機アルカリ剤、Lーアルギニン等の塩基性 アミノ酸、トリエタノールアミン等のアミン類、アンモニア、2ーアミノー2ーメチルー1、3ープロパンジオール等が挙げられる。アルカリ剤の添加量はその種類によって異なり、特に限定されるものではなく、アクリル酸系増粘剤の種類、量によって決定すればよいが、好ましくは0.01~2.5%である。このアルカリ剤は、予め水に溶解することで、あるいは直接ポリマーと混合して添加できる。

6

【0019】本発明に用いられる(e)成分の水性成分としては、水及び水に可溶な成分であれば何れでもよく、水の他に、例えば、プロピレングリコール、1,3ープチレングリコール、ジプリピレングリコール、ポリエチレングリコール等のグリコール類、グリセリン、ジグリセリン、ポリグリセリン等のグリセロール類、アロエベラ、ウイッチへーゼル、ハマメリス、キュウリ、レモン、ラベンダー、ローズ等の植物抽出液が挙げられる。配合量としては30~90%が好ましい。

【0020】本発明の水系化粧料は、上記した必須成分の他に通常の化粧料に使用される成分、例えば炭化水素、高級脂肪酸エステル、動植物油脂、シリコーン油、フッ素系油等の油性成分や、界面活性剤、紫外線吸収剤、水溶性高分子、保湿剤、酸化防止剤、美容成分、防腐剤、香料などを本発明の効果を損なわない範囲で適宜配合することができる。但し、化粧膜の持続性、本発明の効果の発現の点から通常の界面活性剤は配合しないことが望ましい。また、本発明の効果を損なわない範囲であれば、前記粉体を未処理であるいは前記特定のパーフルオロポリエーテル基を有する化合物を除く処理剤、例えば、フッ素系油剤、シリコーン系油剤、金属石鹸、ロウ、油脂、炭化水素等の1種又は2種以上を用いて表面処理を施したものを適宜配合することができる。

【0021】紫外線吸収剤としては、例えば、ベンゾフ ェノン系としては、2-ヒドロキシ-4-メトキシベン ゾフェノン、2-ヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェ ノン-5-スルホン酸、2-ヒドロキシ-4-メトキシ ベンゾフェノン-5-スルホン酸ナトリウム、2,2' ージヒドロキシー4, 4'ージメトキシベンゾフェノ 30 ン、2, 2'ージヒドロキシー4, 4'ージメトキシベ ンゾフェノン-5-スルホン酸ナトリウム、2,4-ジ ヒドロキシベンゾフェノン、2, 2', 4, 4'ーテト ラヒドロキシベンゾフェノン等が挙げられ、PABA系 としては、パラアミノ安息香酸、パラアミノ安息香酸エ チル、パラアミノ安息香酸グリセリル、パラジメチルア ミノ安息香酸アミル、パラジメチルアミノ安息香酸-2 ーエチルヘキシル、パラジヒドロキシプロピル安息香酸 エチル等が挙げられ、ケイ皮酸系としては、p-メトキ シケイ皮酸-2-エチルヘキシル、4-メトキシケイ皮 酸-2-エトキシエチル等が挙げられ、サリチル酸系と しては、サリチル酸-2-エチルヘキシル、サリチル酸 フェニル、サリチル酸ホモメンチル等が挙げられ、その 他、2-(2-ヒドロキシ-5-メチルフェニル)ベン ゾトリアゾール、4-tert-ブチル-4'-メトキ シジベンゾイルメタン、オキシベンゾン等が挙げられ

【0022】水溶性高分子としては、グアーガム、コンドロイチン硫酸ナトリウム、ヒアルロン酸、アラビアガム、アルギン酸ナトリウム、カラギーナン等の天然系のもの、メチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロー

ス、カルボキシメチルセルロース等の半合成系のもの、カルボキシビニルポリマー、アルキル付加カルボキシビニルポリマー、アルキル付加カルボキシビニルポリマー、ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン、ポリアクリル酸ナトリウム等の合成系のものが挙げられる。保湿剤としては、例えばタンパク質、ムコ多糖、コラーゲン、エラスチン、ケラチン等が挙げられる。酸化防止剤としては、例えばαートコフェロール、アスコルビン酸等が挙げられる。美容成分としては、例えばビタミン類、消炎剤、生薬等が挙げられる。防腐剤としては、例えばパラオキシ安息香酸アルキル、フェノキシエタノール等が挙げらる。

【0023】本発明の水系化粧料は、成分(a)、

(b)、(c)、(d)、(e)及び任意成分を均一に混合したもの、すなわち、アクリル酸系エマルションポリマーにて増粘した水系中に特定のパーフルオロポリエーテル基を有する化合物処理粉体を分散せしめることにより得られるが、成分(a)の処理粉体を水系に分散する前に予め低級アルコールの全部または一部と混合すれば、これらの粉体の分散性が極めて向上し、製造上の効率化が図れると共に、経時安定性が向上する。本発明の20水系化粧料は、ファンデーション、頬紅、アイシャドウ等のメークアップ化粧料、下地化粧料に限らず、基礎化粧料等にも適用することができる。

[0024]

【実施例】以下に実施例を挙げて更に説明する。なお、 これらは本発明を何ら限定するものではない。

【0025】製造例1:処理マイカ

ビーカーに水500mlをいれ、撹拌しながらマイカ100gをいれ、室温で十分撹拌した。このマイカ分散液に、撹拌しながら下記に示すパーフルオロポリエーテル30アルキルリン酸ジエタノールアミン塩の20%水溶液25gを徐々に添加し、添加後1時間半撹拌を行った。酸で中和した後、吸引瀘過を行い、乾燥してパーフルオロポリエーテル化合物処理マイカを得た。

[0026] CF<sub>3</sub>O (CF<sub>2</sub>CF (CF<sub>3</sub>) O) m (CF<sub>2</sub>O) n CF<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-

- (OCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>)<sub>1.9</sub> OP (=O) [ONH<sub>2</sub> (CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>OH)<sub>2</sub>]<sub>2</sub>

(式中、m/n = 24.1、パーフルオロポリエーテルアルキルリン酸ジエタノールアミン塩の平均分子量は195であり、パーフルオロポリエーテル基の平均分子量は791である。)

【0027】製造例2~7

製造例1においてマイカをタルク、酸化チタン、ベンガラ、黄酸化鉄、雲母チタン、オルガノポリシロキサンエラストマーパウダー(トレフィルE506、東レ・ダウ・コーニングシリコーン社製)に各々替える以外は同様の方法で処理して、パーフルオロポリエーテル化合物処理タルク(製造例2:処理タルク)、パーフルオロポリエーテル化合物処理酸化チタン(製造例3:処理酸化チ50

タン)、パーフルオロポリエーテル化合物処理ベンガラ(製造例 4:処理ベンガラ)、パーフルオロポリエーテル化合物処理黄酸化鉄(製造例 5:処理黄酸化鉄)、パーフルオロポリエーテル化合物処理雲母チタン(製造例6:処理雲母チタン)、パーフルオロポリエーテル化合物処理オルガノポリシロキサンエラストマーパウダー(製造例7:処理オルガノポリシロキサンエラストマーパウダー)を得た。

【0028】製造例8:処理セリサイト

ビーカーにセリサイト 150gをいれ、混合しなが 560 0  $\mathbb{C}$ まで加熱する。これに下記に示すパーフルオロポリエーテルアルキルリン酸 13gをイソプロピルアルコール 1500gに溶解加温しておいたものを加え、60  $\mathbb{C}$  で 4 時間混合する。その後、イソプロピルアルコールを減圧蒸留し、乾燥してパーフルオロポリエーテル化合物処理セリサイトを得た。

[0029] CF3O (CF2CF (CF3) O) m (CF2O) n CF2CH2-

 $- (OCH_2CH_2) \cdot OP (=0) \cdot (OH) \cdot 2$ 

(式中、 $m/n = 20 \sim 40$ であり、r は  $1 \sim 2$  を表わし、平均分子量は 998 であり、パーフルオロポリエーテル基の平均分子量は 791 である。)

【0030】製造例9:処理酸化鉄処理雲母チタン 製造例8においてセリサイトを酸化鉄処理雲母チタンに 替える以外は同様の方法で処理して、パーフルオロポリ エーテル化合物処理酸化鉄処理雲母チタンを得た。

【0031】製造比較例1:処理マイカー

ビーカーに水500mlをいれ、撹拌しながらマイカ100gをいれ、室温で十分撹拌した。このマイカ分散液に、撹拌しながら次色に示すパーフルオロアルキルリン酸ジエタノールアミン塩の20%水溶液25gを徐々に添加し、添加後1時間半撹拌を行った。酸で中和した後、吸引瀘過を行い、乾燥してパーフルオロアルキル化合物処理マイカを得た。

[0032]  $(C_m F_{2m+1} C H_2 C H_2 O)_n P (=0)$ [0NH2  $(C H_2 C H_2 O H)_2]_{3-n}$ 

(式中、m、n はそれぞれ $m=6\sim18$ 、 $2 \ge n \ge 1$ を表わし、平均分子量は954であり、パーフルオロアルキル基の平均分子量は619である。)

【0033】製造比較例2~5

製造比較例1においてマイカをタルク、酸化チタン、ベンガラ、黄酸化鉄、に替える以外は同様の方法で処理して、パーフルオロアルキル化合物処理タルク(製造比較例2:処理タルク)、パーフルオロアルキル化合物処理酸化チタン(製造比較例3:処理酸化チタン)、パーフルオロアルキル化合物処理ベンガラ(製造比較例4:処理ベンガラ)、パーフルオロアルキル化合物処理黄酸化鉄(製造比較例5:処理黄酸化鉄)を得た。

【0034】実施例1~7及び比較例1~3

**) 表1に示す処方のファンデーションを調製し、使用性** 

9

(使用の簡便さ)、使用時の使用感(みずみずしさ、付 着性、のびのなめらかさ、きしみのなさ)及び使用後の 使用感(粉っぽさのなさ、べたつきのなさ、さっぱり 感、エモリエント感)、化粧料の持続性について下記の 方法により評価した。その結果も併せて表 1 に示す。 【 0 0 3 5 】 【 表 1 】

(%)

7 5 20 15 10 1 0.5	1	上較6	3 15
5 20 15 10	1  -  -	2 	<del></del>
15 10	<del>-</del>	<u>  -</u>	15
10	╀	_	
	1 _	<b></b>	10
1 0.5		_	10
	<u> </u>		0.5
5 0.5	<u> </u>		0.5
.   -	15	<u> </u>	_
·   -	10	<u> </u>	_
·	10	_	-
·	0.5		_
	0.5	_	_
	_	15	_
		10	<u> </u>
_		. 10	_
-	_	0.5	
-	_	0.5	
4	4	4	4
5 1.5	1.5	1.5.	_
5 0.5	0.5	0.5	_
.   -		_	0.2
3 0.3	0.3	0.3	0.3
2 12	12	12	12
量 適量	適量	適量	適量
量 適量	適量	適量	適量
建 適量	適量	適量	適量
量 残量	残量	残量	残量
	]		
	0	0	×
0	0	0	0
	0	0	×
	Δ	Δ	Δ
0	Δ	Δ	0
0	0	0	- Д
0	0	0	Δ
0	0	0	0
0	0	0	Δ
0	Δ	Δ	0
		- 一 15 - 一 10 - 一 10 - 一 0.5 - 一 0.5 - 一 一 一 - 一 一 - 一 一 - 一 一 - 一 一 - 1.5 - 1.5 - 1.5 - 1.5 5 0.5 0.5 - 一 一 3 0.3 0.3 2 12 12 2 12 2 12 2 12 2 12 2 12 2 12	15 - 10 - 10 - 10 - 10 - 15 - 15 - 1

【0036】\*1:KF-99-P(信越化学(株)

製) 2%処理

\*2:プライマル ASE-60(固形分28%)(ロ

ーム&ハース社製)

\*3:ヨドゾール 32A707(固形分46%)(カ

ネボウNSC社製)

(製法)

A. 1~15を混合粉砕する。

B. Aに16を添加後、充分混合攪拌して、均一にする

C. 17~25を混合溶解し、攪拌しながら、Bを加

50 え、均一に分散する。

14. 香料

12

D. Cを容器に充填して製品とする。		15. 防腐剤	適凰
【0037】(評価方法)10名の官能検査パネルによ			残量
り下記の7段階(0~6点)の絶対評価を行い、その平		(製法)	/ 455
均点をさらに4段階に分けて評価した。		A. 1~7を混合粉砕する	
(1) 絶対評価		B. Aに8を添加後、充分混合攪拌して、均一にす	る。
6点:非常に良い		C. 9~16を混合溶解し、攪拌しながら、Bを加	
5点:良い		均一に分散する。	
4点:やや良い		D. Cを容器に充填して製品とする。	
3点:普通		【0040】実施例9 (ホホ紅)	
2点:やや悪い	10		%)
1点:悪い		•	. 0
0点:非常に悪い			. 0
(2) 4段階評価			. 0
◎:5点以上			. 5
〇:3点以上5点未満		•	. 5
△:1点以上3点未満			. 5
×:1 点未満			. 0
【0038】表1の結果から明らかなように、本発明品			. 0
である実施例1~7の水系化粧料は、使用感、使用性の		9. アクリル酸系エマルションポリマー *4 2	
面で、はるかに優れた特性を有していることが分かる。	20		. 2
特に、本発明品は、二層タイプでないため使用時に振と		11.1,3-ブチレングリコール 15.	. 0
うする必要がなく使用が簡便であり、きしみがなく、の		•	適量
びもなめらかで、付着性も良好である。又、使用後の仕			適量
上がりも粉っぽさがなく且つべたつきのない仕上がり			残量
で、さっぱり感、エモリエント感を付与し、その上、経		*4:ロハギットSD-15(固形分30%)(ロ	
時での化粧膜がくずれにくく、しっかりとした化粧膜を		&ハース社製)	
付与するものである。一方、粉体の処理剤が異なる比較		(製法)	
例1及び2は、きしみのなさ、のびのなめらかさ及びエ		A. 1~7を混合粉砕する。	
モリエント感等の使用感において満足するものではなか		B. Aに8を添加後、充分混合攪拌して、均一にす	る
った。また、アクリル酸系エマルションポリマーの替わ	30	C. 9~14を混合溶解し、攪拌しながら、Bを加	
りに水溶性高分子を配合した比較例3では、経時での粉		均一に分散する。	·
体の凝集を生じ、安定性が悪く経時により使用性の変化		D. Cを容器に充填して製品とする。	
が見られた。		【0041】実施例10 (下地化粧料)	
【0039】実施例8 (白粉)		(成分) (	%)
(成分) (%)		•	. 0
1. 製造例1の処理マイカ 15.0		2. 製造例7の処理オルガノポリシロキサン	
2. 製造例2の処理タルク 12.0		エラストマーパウダー 0.5	
3. 製造例7の処理オルガノポリシロキサン		3. エチルアルコール 8.	. 0
エラストマーパウダー 1.0		4. アクリル酸系エマルションポリマー *3 4.	. 0
4. 製造例8の処理セリサイト 5. 0	40	5. トリエタノールアミン 0.	. 3
5. 酸化チタン 3. 0		6. 1, 3ープチレングリコール 12.	
6. 青色404号 0. 2		7. 紫外線吸収剤 適	
7. 黄酸化鉄 0. 2		8. 美容成分 適	
8. エチルアルコール 8. 0		9. 香料 適	量
9. アクリル酸系エマルションポリマー *3 2.0		10. 防腐剤 適	
1 0. L-アルギニン 0. 2		1 1. 精製水 残	
11.1,3-ブチレングリコール 12.0		(製法)	
12. 紫外線吸収剤 適量		A. 1~2を混合粉砕する	
13. 美容成分 適量		B. Aに3を添加後、充分混合攪拌して、均一にす	る。

適量 50

C. 4~11を混合溶解し、攪拌しながら、Bを加え、

13

均一に分散する。

D. Cを容器に充填して製品とする。

【0042】上記実施例8、9、10については、実施例 $1\sim7$ と同様に、使用感、使用性、化粧膜の持続性において優れた特性を有するものが得られた。

[0043]

フロントページの続き

(51) Int. Cl. 6

識別記号

// A 6 1 K 7/031

7/035

【発明の効果】本発明の水系化粧料は、使用が簡便で、 清涼感、さっぱり感、しっとり感、エモリエント感等の 良好な使用感を有し、また皮膚への展延性、親和性が良 好で、きしみがなく、なめらかにのび、しかも化粧持続 性に優れる等の使用特性を有し、経時安定性にも優れる ものである。

FΙ

A 6 1 K 7/031

7/035